

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-167597

(P2002-167597A)

(43) 公開日 平成14年6月11日 (2002.6.11)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テ-マコ-ト* (参考)

C 1 1 D 13/16

C 1 1 D 13/16

4 H 0 0 3

17/00

17/00

pol-746 樋田様

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2001-285799 (P2001-285799)

(22) 出願日 平成13年9月19日 (2001.9.19)

(31) 優先権主張番号 特願2000-289622 (P2000-289622)

(32) 優先日 平成12年9月22日 (2000.9.22)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 長谷川 武

東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会社
社研究所内

(72) 発明者 宮本 恭典

東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会
社研究所内

(74) 代理人 100076532

弁理士 羽鳥 修 (外1名)

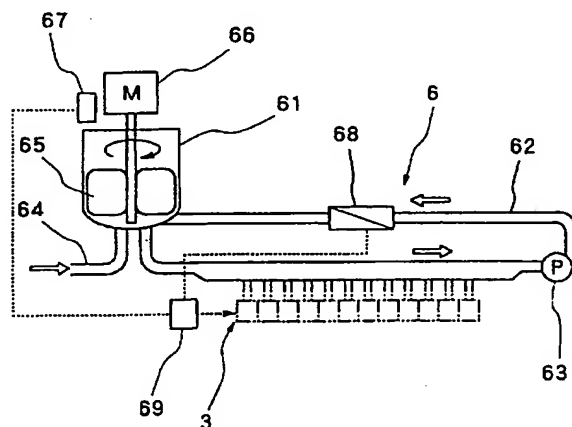
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 気泡入り石鹸の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 無数の気泡を分散含有する熔融石鹸における気泡と液体分との分離が防止された気泡入り石鹸の製造方法を提供すること。

【解決手段】 気泡を分散含有する熔融石鹸4を成形装置で固化させる気泡入り石鹸5の製造方法において、熔融石鹸4の貯蔵タンク61には、これを経由するループを形成する循環路62が設けられており、循環路62又は貯蔵タンク61に熔融石鹸4の供給ノズル31が接続されており、熔融石鹸4を、循環路62内を循環させながら供給ノズル31を通じて成形装置へ供給する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 無数の気泡を分散含有する熔融石鹸を成形装置で固化させる気泡入り石鹸の製造方法において、前記熔融石鹸の貯蔵タンクには、該貯蔵タンク内を經由するループを形成する循環路が設けられており、該循環路又は該貯蔵タンクに前記熔融石鹸の供給部が接続されており、前記熔融石鹸を、前記循環路内を循環させながら前記供給部を通じて前記成形装置へ供給する気泡入り石鹸の製造方法。

【請求項2】 前記成形装置に供給される前記熔融石鹸の比重の変動に応じて、該熔融石鹸の該成形装置への供給体積を増減させ、該熔融石鹸の供給量を一定重量にする請求項1記載の気泡入り石鹸の製造方法。

【請求項3】 前記貯蔵タンクに貯えられた前記熔融石鹸を前記成形装置へ供給するに際し、該貯蔵タンク内の前記熔融石鹸の液面高さの変動に応じて、該熔融石鹸の前記成形装置への供給体積を増減させる請求項2記載の気泡入り石鹸の製造方法。

【請求項4】 前記貯蔵タンクと前記成形装置との間の位置において前記熔融石鹸の比重を測定する請求項2又は3記載の気泡入り石鹸の製造方法。

【請求項5】 前記熔融石鹸を、55～80℃に保温して循環させる請求項1～4の何れかに記載の気泡入り石鹸の製造方法。

【請求項6】 前記熔融石鹸を、保温温度よりも低い温度に冷却して前記成形装置へ供給する請求項5記載の気泡入り石鹸の製造方法。

【請求項7】 前記熔融石鹸の循環流量 V (m^3/h) に対する、前記貯蔵タンクの容量 S (m^3) の比 S/V (h) が0.01～5となるように前記熔融石鹸を循環させる請求項1～6の何れかに記載の気泡入り石鹸の製造方法。

【請求項8】 前記熔融石鹸をその剪断速度が0.2～500 s^{-1} となるように循環させる請求項1～7の何れかに記載の気泡入り石鹸の製造方法。

【請求項9】 前記循環路又は前記貯蔵タンクには、前記供給部が複数個接続されており、各供給部に対応した個数の前記成形装置が用いられる請求項1～8の何れかに記載の気泡入り石鹸の製造方法。

【請求項10】 前記貯蔵タンクには前記循環路が複数設けられており、各循環路に前記供給部が設けられており、各供給部に対応した個数の前記成形装置が用いられる請求項1～8の何れかに記載の気泡入り石鹸の製造方法。

【請求項11】 請求項1記載の気泡入り石鹸の製造方法に使用するための製造装置であって、熔融石鹸の貯蔵タンクと、該貯蔵タンクに接続され且つ該貯蔵タンク内を經由するループを形成する循環管路と、該循環管路又は該貯蔵タンクに接続された熔融石鹸の供給部と、該供

給部から供給された熔融石鹸を所定形状に成形固化させる成形装置とを備えた気泡入り石鹸の製造装置。

【請求項12】 前記循環管路内を循環する前記熔融石鹸を所定の温度に保つための保温装置が該循環管路及び前記貯蔵タンクに取り付けられていると共に、前記貯蔵タンクと前記供給部との間に、前記熔融石鹸をその保温温度よりも低い温度に冷却するための冷却装置が取り付けられている請求項11記載の気泡入り石鹸の製造装置。

10 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、無数の気泡を含有する熔融石鹸から気泡入り石鹸を製造する方法に関し、更に詳しくは該熔融石鹸における気泡と液体分との分離が防止された気泡入り石鹸の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 気泡入り石鹸の製造方法として、本出願人は先に特開平10-195494号公報において、無数の気泡を含有する熔融石鹸を成形型のキャビティ内で固化させるに際して、固化工程を、気密状に密閉されたキャビティ内で行うことを提案した。

【0003】 前記製造方法によれば、キャビティ内に外部から空気が入り込むことが阻止できるので、固化された石鹸には空洞や凹みが発生しづらい。しかし、気泡入り石鹸の製造中に何らかのトラブルが発生して作業が停止すると、熔融石鹸はその供給配管内や貯蔵タンク内で停滞し、気泡同士が合一してその径が大きくなり、気泡と液体分とが分離状態となる。この状態から作業を再開すると、気泡と液体分とが分離した状態のまま熔融石鹸がキャビティ内に注入されてしまう。その結果、得られた石鹸では気泡が不均一に分散した状態となり、使用時の泡立ちが低下してしまう。最も一般的な攪拌方法である攪拌翼(攪拌羽根)を用いた場合、剪断力が低いと気泡の合一や気液分離の改良が困難であり、剪断力が強すぎると空気を巻き込んで熔融石鹸の比重が変化してしまう。また、気泡の状態(特に気泡量)の変動に伴い、固化された石鹸の重量が変動する場合もあった。

【0004】 従って、本発明は、無数の気泡を分散含有する熔融石鹸における気泡と液体分との分離が防止された気泡入り石鹸の製造方法を提供することを目的とする。また本発明は、固化した石鹸における気泡の分散が均一で且つ重量変動が少なくなる石鹸の気泡入り石鹸の製造方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明は、無数の気泡を分散含有する熔融石鹸を成形装置で固化させる気泡入り石鹸の製造方法において、前記熔融石鹸の貯蔵タンクには、該貯蔵タンク内を經由するループを形成する循環路が設けられており、該循環路又は該貯蔵タンクに前記溶

融石鹸の供給部が接続されており、前記熔融石鹸を、前記循環路内を循環させながら前記供給部を通じて前記成形装置へ供給する気泡入り石鹸の製造方法を提供することにより前記目的を達成したものである。

【0006】また本発明は、前記気泡入り石鹸の製造方法に使用するための製造装置であって、熔融石鹸の貯蔵タンクと、該貯蔵タンクに接続され且つ該貯蔵タンク内を經由するループを形成する循環管路と、該循環管路又は該貯蔵タンクに接続された熔融石鹸の供給部と、該供給部から供給された熔融石鹸を所定形状に成形固化させる成形装置とを備えた気泡入り石鹸の製造装置を提供するものである。

【0007】

【発明の実施の形態】以下本発明を、その好ましい実施形態に基づき図面を参照しながら説明する。本実施形態で用いられる製造装置は、熔融石鹸の循環部、該循環部に接続された熔融石鹸の供給部、及び該供給部によって供給された熔融石鹸の成形型を備えた成形部を具備している。図1には、本発明の製造方法の第1の実施形態に用いられる装置における熔融石鹸の循環部が示されており、図2には熔融石鹸の供給部が示されている。また図3には熔融石鹸の成形部が示されている。

【0008】図1に示す熔融石鹸の循環部6は、貯蔵タンク61、貯蔵タンク61に接続され且つ貯蔵タンク61内を經由するループを形成する循環管路62、循環管路62の途中に介在された循環ポンプ63を備えている。また貯蔵タンク61には、発泡部（図示せず）において発泡された熔融石鹸の供給管路64が接続されている。更に貯蔵タンク61内には攪拌翼65が設置されている。攪拌翼65はモータ66によって所定方向に回転する。貯蔵タンク61の上部には、液面高さ計67が配置されている。液面高さ計67としては、例えば光学式、超音波式又は差圧式のものが使用できる。循環管路62には、その途中に比重計68が介在配置されている。比重計68としては、例えば桜エンドレス（株）の「コリオリ質量流量計」が使用でき、密度測定モードにより測定することができる。更に循環管路62には、熔融石鹸の供給部3が、循環管路62と開閉可能に連通するように接続されている。供給部3は複数個が直列に接続されている。貯蔵タンク61及び循環管路62を含む循環部6並びに供給部3には、何れも温水及びヒータなどの保温装置が取り付けられており、所定温度に保たれている。

【0009】液面高さ計67で計測された熔融石鹸の液面高さ、及び比重計68で計測された熔融石鹸の密度は、それぞれ電気信号に変換されて演算部69へと送られる。演算部69では、熔融石鹸の液面高さ及び熔融石鹸の密度の値に基づき後述するサーボモータ38の動作を制御する演算を行い、演算結果を電気信号に変換してサーボモータ38へ送る。

【0010】以上の構成を有する循環部による熔融石鹸の循環について説明すると、図示しない発泡部において発泡されて、無数の気泡が分散含有されている熔融石鹸は、供給管路64を通じて貯蔵タンク61内に貯えられる。貯蔵タンク61内において熔融石鹸は、攪拌翼65によって攪拌されて、気泡の分散状態が均一に保たれる。熔融石鹸の一部は、循環ポンプ63によって循環管路62内に送り込まれる。その結果、貯蔵タンク61内に貯えられている熔融石鹸は、貯蔵タンク61を經由して循環管路62内を循環する。この循環によって、たとえ何らかのトラブルが発生して気泡入り石鹸製造の作業が停止しても、熔融石鹸が供給配管系内で停滞することがなくなり、熔融石鹸に剪断力が常に加わった状態が維持され、気泡と液体分とが分離状態となることが防止される。特に、本実施形態においては、熔融石鹸を循環させることで剪断力を加えるので、例えば熔融石鹸の流速を制御して熔融石鹸に剪断力を加える時間を制御できるという利点がある。つまり気泡を含む熔融石鹸のような保存安定性の低い圧縮性流体に長時間剪断力を加え続けることで気泡の状態を変化させることができる。一方、剪断力を加えないと、気泡の合一や気液の分離が起こることが避けられない。このように、熔融石鹸を循環させる場合に、剪断力を加える時間を制御することで、熔融石鹸に効果的に剪断力を加えることができ、その結果、貯蔵タンク61内の気泡入り石鹸における気泡の分散状態を良好にすることができ、且つその良好な状態を長時間保つことができる。貯蔵タンク61における攪拌翼65による攪拌によっても、気泡と液体分との分離はある程度防止できるが、十分とはいえない。攪拌翼65によって気液分離や気泡の合一が発生しないように熔融石鹸を攪拌すると、熔融石鹸が気泡を巻き込みその比重が変動してしまう。従って、貯蔵タンク61内では気泡を混入させない緩やかな攪拌を行い、気泡と液体分との分離防止は、循環管路62内の循環によって行うことが好ましい。

【0011】熔融石鹸の循環の間、その密度が比重計68によって計測される。これと同時に貯蔵タンク61における熔融石鹸の液面高さが液面高さ計67によって計測される。

【0012】無数の気泡を分散含有する熔融石鹸の調製方法としては、例えば本出願人の先に出願に係る特開平11-43699号公報の第2欄15行～第5欄1行に記載されている方法を用いることができる。熔融石鹸の発泡には各種気体を用いることができるが、特に不活性気体、とりわけ窒素ガス等の非酸化性の不活性ガスを用いることで、熔融石鹸の加熱に起因して、その配合成分が酸化分解することで発生する異臭等を効果的に防止することができる。発泡に不活性気体を用いることは、気泡入り石鹸の配合成分として、酸化分解し易い香料成分が配合されている場合に特に有効である。

【0013】 熔融石鹸の循環においては、その温度を55～80℃、特に60～70℃に保つことが、後述する供給ノズル先端での熔融石鹸の固化防止、及び石鹸の酸化や香料の劣化の防止の点から好ましい。

【0014】 これに関連し、熔融石鹸の循環においては、熔融石鹸をその融点よりも1～20℃、特に2～5℃高い温度に加熱し保温した条件下に循環させることが、同様の理由から好ましい。

【0015】 熔融石鹸の循環においては、その循環流量 V (m^3/h) に対する、貯蔵タンク61の容量 S (m^3) の比 S/V (h) が0.01～5となるように熔融石鹸を循環させることが、気泡の合一防止、及び気泡と液体分との分離防止の点から好ましい。

【0016】 前記循環流量に関連するが、熔融石鹸は、その循環管路62内での流速 V_d が0.02～5 m/s 、特に0.05～0.8 m/s となるように循環されることが好ましい。下限値未満であると、熔融石鹸の供給部3への分注時に圧力低下が発生し易くなる。上限値を超えると、設備が大掛かりになる上、循環中に気泡を巻き込む可能性が高くなる。またこれに関連して、循環管路62は、その断面積が10～200 cm^2 、特に20～180 cm^2 であることが、同様の理由から好ましい。

【0017】 熔融石鹸の循環においては、その剪断速度が0.2～500 s^{-1} 、特に0.3～100 s^{-1} 、とりわけ0.3～20 s^{-1} となるように熔融石鹸を循環させることが、気泡の合一防止、及び気泡と液体分との分離防止の点から好ましい。剪断速度 D は $D=2V_d/d$ から算出される。ここで V_d は熔融石鹸の循環流速 (m/s) を示し、 d は循環管路62の径 (m) を示す。循環管路内には、前記剪断速度の範囲の剪断を加えることができるスタティックミキサー（静止混合器）を適宜設けることが好ましい。

【0018】 循環管路62を循環する熔融石鹸は、その一部が循環管路62に接続されている供給部3へ送り込まれる。図2に示すように、供給部3は、その一端が循環管路62に接続されている接続管路35、接続管路35の他端に接続されている切り替えバルブ32、切り替えバルブ32の一端に接続されている供給ノズル31、切り替えバルブ32の他端に接続されているシリンダ33、及びシリンダ33内に配されたピストン34を備えている。この切り替えバルブ32によって、循環管路62と供給ノズル31とが開閉可能に連通する。ピストン34におけるロッドの先端にはリニアガイド36が取り付けられている。リニアガイド36は、リンク機構37を介してサーボモータ38に接続されている。サーボモータ38の作動によってリニアガイド36は直線往復運動をするようになされている。この運動によって、ピストン32はシリンダ33内を摺動自在になっている。そして、ピストン34の引き込み距離又は押し込み距離に

よって、熔融石鹸の注出体積が決定される。具体的には、①吸引前のピストンの位置を原点としてピストンの引き込み距離で供給体積を決定する方法、又は②吸引後のピストンの位置を原点としてピストンの押し込み距離で供給体積を決定する方法がある。計量する熔融石鹸は圧縮性の流体であるので、前記の①の方法において、ピストンの原点の位置でシリンダ内に熔融石鹸ができるだけ残さないように原点を決めることが、測定重量の精度を高める点から好ましい。前述の通り、サーボモータ38は、演算部69における演算結果に基づき制御される。制御の詳細については後述する。

【0019】 供給部3における熔融石鹸の流れについて説明すると、循環管路62内を循環する熔融石鹸は、その一部が、切り替えバルブ32による流路の切り替えによって、接続管路35及び循環管路62を通じてシリンダ33内に送り込まれる。この場合、ピストン34は、リニアガイド36によって予め所定の位置まで引き戻された状態になっていてもよい。或いは熔融石鹸のシリンダ33内への送り込みと共に、ピストン34を漸次引き戻してもよい。

【0020】 所定量の熔融石鹸がシリンダ33内に送り込まれたら、切り替えバルブ32によって流路を切り替え、シリンダ33と供給ノズル31とが接続されるようにする。次いで、リニアガイド36によってピストン34を所定距離押し込んで、シリンダ33内の熔融石鹸を押し出す。これによって熔融石鹸は供給ノズル31を通じて成形装置としての成形部7へ注入される。成形部7は、供給ノズル31の個数と同数用いられる。以上の一連の操作がすべての供給部3において行われる。

【0021】 ピストン34の移動距離は、比重計68によって計測された熔融石鹸の密度、及び液面高さ計67によって計測された貯蔵タンク61における熔融石鹸の液面高さを基に演算部69において演算された結果に基づき、サーボモータ38を制御することで決定される。具体的には以下の操作が行われる。

【0022】 先ず、熔融石鹸の密度に関しては、成形部7への熔融石鹸の注入重量 A と、熔融石鹸の密度 ρ との相関関係を予め求めておく。両者は右上がりの直線関係となることが本発明者らの検討により判明している。この直線関係から求められた係数を C_ρ とする。熔融石鹸の液面高さについても同様に、成形部7への熔融石鹸の注入重量 A と、熔融石鹸の液面高さ L との相関関係を予め求めておく。両者も右上がりの直線関係となることが本発明者らの検討により判明している。この直線関係から求められた係数を C_L とする。また、成形部7へ注入すべき熔融石鹸の重量 A_0 を設定しておく。またこの設定重量 A_0 に対応する熔融石鹸の密度 ρ_0 、及び液面高さ L_0 を前述の直線関係から予め求めておく。これら C_ρ 、 C_L 、 A_0 、 ρ_0 、及び L_0 の値は初期値として演算部69に

【0023】次に、予め求められた ρ_0 及び L_0 の値、並びに計測によって求められた熔融石鹸の密度 ρ 及び液面高さ L の値に基づき、 ρ_0 と ρ との差 $\Delta\rho$ ($=\rho_0-\rho$)、及び L_0 と L との差 ΔL ($=L_0-L$)を演算部69で算出する。算出された $\Delta\rho$ 及び ΔL の値に、それぞれ初期値として入力されている $C\rho$ 及び C_L の値を乗じ、設定重量 A_0 からの補正重量、即ち($C\rho\Delta\rho+C_L\Delta L$)の値を求める。この値を計測された密度 ρ で除すことで補正体積を求める。シリンダ33の断面積は予め判っているので、補正体積を断面積で除すことで、

ピストン34の移動の補正距離が算出される。算出された補正距離をサーボモータ38の回転ステップに換算し、換算された値をサーボモータ38に送り、ピストン34の移動距離を調整する。

【0024】この一連の操作によって、熔融石鹸の密度が何らかの原因で変動しても、一定重量の熔融石鹸が成形部7に注入される。更に、熔融石鹸を循環させておくことで、たとえ作業が停止しても、熔融石鹸の発泡から注入迄の間で、熔融石鹸が停滞することなく、気泡と液体分とが分離状態となることが防止される。その結果、得られる気泡入り石鹸においては、気泡が均一に分散した状態となり、使用時の泡立ちが良好となる。

【0025】次に、成形部7へ注入された熔融石鹸の成形について図3(a)～(c)を参照しながら説明する。図3(a)に示すように、成形部7は、成型型としての下型1及び上型2を備えている。下型1は金属等の剛体からなり、上部に向けて開口したキャビティ11を有している。キャビティ11は、製品である気泡入り石鹸の底部及び各側部の形状に合致した凹形状となっている。キャビティ11の底部には、キャビティ11と下型1の外部とを互いに連通させる連通孔12が複数個穿設されている。下型1の側面には、下型1と上型2とを固定させるためのロック機構13が取り付けられている。

【0026】一方、上型2も金属等の剛体からなっている。上型2は、蓋体21、蓋体21の下面に取り付けられ且つその下面が気泡入り石鹸の上部の形状に合致している圧縮部22、蓋体21の上面に取り付けられた加圧部23、及び加圧部23に遊嵌され且つ下型1のロック機構13に係合する係合部24を備えている。

【0027】図3(a)に示すように、供給ノズル31から注出された熔融石鹸4は、下型1のキャビティ11内に注入される。このとき、前述の演算部69による制御で注入される熔融石鹸4の体積が、製品である気泡入り石鹸の目標設定体積の好ましくは1.05倍以上、更に好ましくは1.1倍以上であることが、後述する熔融石鹸の圧縮と相俟って、熔融石鹸の冷却に起因する収縮やひけの発生が効果的に防止される。このような関係が成立するように熔融石鹸を注入するには、熔融石鹸の密度を適宜調整すればよい。熔融石鹸の注入体積の上限値

は、熔融石鹸に含まれている気泡の体積の割合に応じて適宜決定される。例えば熔融石鹸の体積に占める気泡の全体積が比較的大きい場合には、冷却に起因する収縮の度合いが大きくなるので、注入体積の上限値は比較的大きくすることができる。一方、熔融石鹸の体積に占める気泡の全体積が比較的小さい場合には、冷却に起因する収縮の度合いはそれほど大きくないので、注入体積の上限値は比較的小さくなる。本実施形態における熔融石鹸の体積に占める気泡の全体積が5～70%程度であることを考慮すると、注入体積の上限値は、気泡入り石鹸の体積の3倍、特に2倍であることが好ましい。熔融石鹸の体積は、圧力及び温度によって変化するが、本明細書において、熔融石鹸の体積とは、1気圧下、25℃における体積をいう。

【0028】熔融石鹸のキャビティ11内への注入温度は、循環管路62内を循環する熔融石鹸の温度とほぼ同一となっている。

【0029】熔融石鹸4の注入が完了したら、下型1の上面を上型2で閉塞させ、下型1に取り付けられているロック機構13によって上型2に取り付けられている係合部24に係合させる。これにより、両型を固定し、キャビティ11内を気密状態にする。次いで、図3(b)に示すように、上型2に取り付けられている加圧部を、加圧シリンダ等の所定の加圧手段(図示せず)によって押圧し、キャビティ11内に注入された熔融石鹸4を、製品である気泡入り石鹸の目標設定体積まで圧縮する。そして、その圧縮状態下に熔融石鹸を固化させる。この操作によって、熔融石鹸の冷却に起因する収縮やひけの発生が効果的に防止され、良好な外観を呈する気泡入り石鹸が得られる。

【0030】熔融石鹸の圧縮の圧力は、熔融石鹸の注入体積が、気泡入り石鹸の目標設定体積の何倍位かによっても異なるが、一般に0.005～0.3MPa、特に0.05～0.2MPa程度となる。

【0031】また、熔融石鹸の圧縮比、つまり、熔融石鹸に含まれている気体成分の圧縮比(圧縮前の気体成分の体積/圧縮後の気体成分の体積)は、1.08～2.5、特に1.1～2であることが、冷却に起因する収縮やひけの発生の防止、並びに冷却時間の短縮化及び生産効率の向上の点から好ましい。熔融石鹸に含まれている気体成分には、熔融石鹸の発泡に用いられる気体及び熔融石鹸に含有されている水蒸気等が含まれる。

【0032】熔融石鹸の固化に際しては、下型1を所定の冷却手段、例えば水等の冷媒によって冷却させて、熔融石鹸の固化時間を短縮化させてもよい。勿論、自然冷却でもよい。水によって冷却する場合、水温は5～25℃程度とすることが、冷却時に気泡が不均一に分散することを防止する点から好ましい。

【0033】熔融石鹸の固化は、得られる気泡入り石鹸の見掛け密度が0.4～0.85g/cm³、特に0.

10

20

30

40

50

6~0.8 g/cm³となるように行われることが、熔融石鹼の流動性の確保及び冷却効率の向上、並びに気泡入り石鹼のキャビティ11からの離型性の向上及び外観の向上の点から好ましい。このような状態となるように熔融石鹼を固化させるには、例えば大気圧下55 mlの窒素ガスと90 mlの石鹼組成物とからなる気泡入り熔融石鹼を、64℃にてキャビティ11内に注入後、120 mlまで圧縮した状態下に固化させればよい。気泡入り石鹼の見掛け密度の測定方法は、後述する実施例において説明する。

【0034】また熔融石鹼の固化は、得られる気泡入り石鹼における全気泡の体積に占める径1~300 μmの気泡の体積の割合（以下、気泡体積分率という）が80%以上となるように行われることが、石鹼の泡立ちの向上及びふやけ防止の点から好ましい。このような状態となるように熔融石鹼を固化させるには、例えば（株）荏原製作所製ユーロミックスMDFO型エアレーション装置を用い、ローターを1000 kPa（500 rpm）の条件で回転させながらエアレーションし、キャビティ内で圧縮保持したまま冷却固化させればよい。気泡入り石鹼の気泡体積分率の測定方法は、後述する実施例において説明する。

【0035】熔融石鹼の固化が完了したら、下型1に取り付けられているロック機構13と、上型2に取り付けられている係合部24との係合を解除し、次いで図3（c）に示すように上型2を取り外す。更に、所定の把持手段、例えば真空チャックを用いて、下型1のキャビティ11内から気泡入り石鹼5を取り出す。取り出しに際しては、キャビティ11の底部に穿設された連通孔12を通じてキャビティ11内に空気等の気体を吹き込んで、気泡入り石鹼5の離型を促進させるようにしてもよい。

【0036】このようにして得られた気泡入り石鹼は、気泡が全体に亘って均一に分散したものとなる。従って、該気泡入り石鹼は泡立ちの良好なものとなる。また、該気泡入り石鹼には、熔融石鹼の冷却に起因する収縮やひけが観察されず、良好な外観を呈するものとなる。更に、気泡入り石鹼の重量は、設定された重量にほぼ一致する。

【0037】気泡入り石鹼を構成する配合成分としては、脂肪酸石鹼、非イオン系界面活性剤、無機塩、ポリオール類、非石鹼系のアニオン界面活性剤、遊離脂肪酸、香料、水等が挙げられる。更に、抗菌剤、顔料、染料、油剤、植物エキス等の添加物を必要に応じて適宜配合してもよい。

【0038】次に本発明の第2及び第3の実施形態について図4及び図5を参照しながら説明する。これらの実施形態については、第1の実施形態と異なる点についてのみ説明し、特に説明しない点については、第1の実施形態に関して詳述した説明が適宜適用される。また、図

4及び図5において、図1~図3と同じ部材に同じ符号を付してある。尚、図4及び図5においては、図1に示されている液面高さ計67、比重計68及び演算部69が省略されている。

【0039】図4に示す第2の実施形態においては、気泡入り石鹼の製造装置における貯蔵タンク61と供給部3との間に循環管路62を循環する熔融石鹼の冷却用の冷却装置81が取り付けられている。具体的には、供給部3が循環管路62に接続されている接続位置と貯蔵タンク61との間において、循環管路62に冷却装置81が取り付けられている。冷却装置81は、供給部3が循環管路62に接続されている位置の直ぐ上流側（直前）に取り付けられている。また、循環管路62には、該循環管路62を循環する熔融石鹼の加熱用の加熱装置80も取り付けられている。加熱装置80の取り付け位置は、供給部3が循環管路62に接続されている接続位置よりも下流側になっている。つまり、循環管路62には、熔融石鹼の循環方向に関して、上流側に冷却装置81が取り付けられており、それよりも下流側に加熱装置80が取り付けられている。そして、循環管路62に取り付けられた冷却装置81と加熱装置80との間に、熔融石鹼の供給部3が接続されている。加熱装置80における加熱温度は、循環管路62から貯蔵タンク61に戻る熔融石鹼の温度を、貯蔵タンク61内の熔融石鹼の温度（保温温度）と同温度とするため、循環管路62の温度よりも高温に設定されている。一方、冷却装置81における冷却温度は、循環管路62を保温する保温装置の保温温度よりも低温に設定されている。これにより熔融石鹼は、その保温温度よりも例えば0.5~10℃程度低く冷却される。勿論、冷却温度は石鹼の熔融温度以上となっている。加熱装置80としては、熱交換器などを用いることができる。冷却装置81としては、水冷管などを用いることができる。

【0040】本実施形態の製造方法においては、熔融石鹼が、成形部7のキャビティ11内に注入される前に、循環中の温度（保温温度）よりも低い温度に冷却されるので、キャビティ11内での冷却固化時間が第1の実施形態の場合よりも短縮されるという利点がある。特に、熔融石鹼をキャビティ11内に供給する直前で、保温温度よりも0.5~10℃低い温度に冷却することで、攪拌や剪断が加わっていないキャビティ11内での静置時間を短縮できるので、固化するまでに発生する気泡の合一や分離が低減できるので好ましい。但し、冷却装置81によって熔融石鹼を冷却すると、循環管路62内における熔融石鹼の流動性が低下して円滑な循環を行えないおそれがあることから、循環管路62における、該循環管路62と供給部3との接続位置よりも下流の位置に、該循環管路62の保温装置とは別に、熔融石鹼の加熱用の加熱装置80を取り付け、該加熱装置80による加熱で熔融石鹼の円滑な循環を確保している。

【0041】図5に示す第3の実施形態においては、気泡入り石鹸の製造装置における循環部6に取り付けられている循環管路62に供給部3が接続されていない。また、加熱装置及び冷却装置も取り付けられていない。これに代えて、循環管路62とは別に貯蔵タンク61に接続された接続管路35を介して、供給部3が貯蔵タンク61に接続されている。そして貯蔵タンク61と供給部3とを接続する接続管路35には冷却装置81が取り付けられている。つまり、貯蔵タンク61と供給部3との間に冷却装置81が取り付けられている。尚、図5においては、供給部3が一つしか図示されていないが、複数の供給部を貯蔵タンク61に接続してもよい。その場合には、各供給部と貯蔵タンク61とを接続する管路に冷却装置をそれぞれ取り付ける。何れの場合においても、冷却装置81による冷却温度は、貯蔵タンク61を保温する保温装置の保温温度よりも低温度に設定されている。これにより熔融石鹸は、その保温温度よりも例えば0.5～10℃程度低く冷却される。

【0042】本実施形態の製造方法においても、第2の実施形態と同様に、熔融石鹸が、成形部7のキャビティ11内に注入される前に、循環中の温度よりも低い温度に冷却されるので、キャビティ11内での冷却固化時間が第1の実施形態の場合よりも短縮されるという利点がある。その上、第2の実施形態と異なり循環管路62を冷却していないので、第2の実施形態で用いた加熱装置を用いなくても良いという利点もある。その分、製造装置の構成を簡単にすることができる。

【0043】本発明は前記実施形態に制限されない。例えば、第1及び第2の実施形態においては、一本のループ状の循環管路62に複数個の供給部3を直列に接続したが、これに代えて貯蔵タンク61にループ状の循環管路を複数設け、各循環管路にそれぞれ一個又はそれ以上の供給部3を接続してもよい。即ち、各循環管路にそれぞれ一個又はそれ以上の供給ノズルを設け、各供給ノズルに対応した個数の下型を用いてよい。この方式によれば（特に供給ノズルを一個のみ設ける場合）、直列に接続する場合に比して、ポンプ回転数をそれぞれ独立に調整でき、更に、注入重量の精度を向上出来るという利点がある。

【0044】また前記実施形態においては下型1及び上型2を用いて気泡入り石鹸を製造したが、気泡入り石鹸の形状によっては、下型1を複数の割型から構成してもよい。

【0045】また前記実施形態においては、熔融石鹸の密度の変動、及び貯蔵タンク61内における熔融石鹸の液面高さの変動に基づいて、熔融石鹸の注入体積を増減させたが、これに代えて、熔融石鹸の密度の変動のみに基づいても、十分に一定重量の気泡入り石鹸を製造できる。この理由は、熔融石鹸の体積の変動に及ぼす要因としては、貯蔵タンク61内における熔融石鹸の液面高さ

の変動よりも、熔融石鹸の密度の変動の方が大きいからである。しかし、勿論、両者に基づいて熔融石鹸の注入体積を増減させることが、重量を精密に制御する点から好ましい。

【0046】また前記実施形態においては、熔融石鹸の密度を、貯蔵タンク61と供給部3との間の位置である循環管路62において計測したが、計測位置はこれに限られず、貯蔵タンク61と供給ノズル31との間であれば他の位置でもよい。しかし、前記位置で測定することが、熔融石鹸の流量が安定し、注入量のばらつきがなくなる点から好ましい。

【0047】また前記実施形態においては気泡入り石鹸の成形装置が、下型1及び上型2を備えた成型型を有していたが、これに代えて、他の形状及び／又は構造を有する成形装置を用いてもよい。例えば、前記実施形態に用いられる成型型に代えて、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリカーボネート、ポリエステルなどの合成樹脂；可撓性を有する薄板状金属；可撓性を有するゴム材料などからなる中空体を、成型型として用いてもよい。この場合には、該中空体内に熔融石鹸を供給し固化できれば、該中空体そのままで、得られた気泡入り石鹸の包装容器となるという利点がある。

【0048】また前記実施形態においては成型型が凹部を有する下型1と該凹部を閉塞する上型2とから構成されていたが、これに代えて複数の割型からなり且つ各割型を組み付けることで、目的とする気泡入り石鹸の形状に合致した形状のキャビティが形成される成型型を用いてもよい。このような成型型を用いる場合には、プラスチックの射出成形と同様の方法で該成型型に熔融石鹸を注入すればよい。

【0049】

【実施例】〔実施例1～6及び比較例1〕以下の表1に示す配合成分を用いて、前述した特開平11-43699号公報に記載の方法に従い無数の気泡が分散含有された熔融石鹸を調製した。発泡には窒素ガスを用いた。

【0050】

【表1】

熔融石鹸の配合成分	重量部
ラウリン酸ナトリウム	30.0
ココイルイセチオン酸ナトリウム	2.0
ラウロイル乳酸ナトリウム	5.0
ポリオキシエチレンモノラウレート	2.0
ラウリン酸	5.0
グリセリン	20.0
塩化ナトリウム	1.5
香料	1.5
水	32.0

【0051】調製された熔融石鹸を用い、実施例1～6においては、図1～図3に示す工程に従い気泡入り石鹸

を製造した。気泡入り石鹸の重量は90gに設定した。熔融石鹸の貯蔵タンク61の容積は0.2m³で、循環管路62の断面積は78.5cm²であった。熔融石鹸の循環温度、循環流量V、循環流速Vd、タンク容積Sと循環流量Vとの比S/V、及び剪断速度Dは表2に示す通りであった。比較例1においては、貯蔵タンク61の出口を直接成形部3に接続させて、熔融石鹸の循環を行わないようにした。実施例及び比較例の何れにおいても、石鹸製造の過程において、製造ラインを2時間停止した後に、以下の手順で作業を再開した。

【0052】熔融石鹸を、供給ノズル31を通じて下型2のキャビティ11に注入した。次いで、下型1の上面を上型2で閉塞させ、キャビティ11内を気密状態にした後、上型2の圧縮部22によって熔融石鹸を気泡入り石鹸の目標設定体積(120cm³)まで圧縮した。熔融石鹸の圧縮比は表2に示す通りであった。この圧縮状態下で下型1を5～15℃の冷却水で3～15分冷却し、熔融石鹸を固化させた。

【0053】熔融石鹸の固化完了後、上型2を取り外し、更にキャビティ11の底部に穿設された連通孔12を通じてキャビティ11内に圧縮空気を吹き込むと共に真空チャックを用いて気泡入り石鹸を把持しキャビティ11内から取り出し、最終製品である気泡入り石鹸を得た。

【0054】このようにして得られた気泡入り石鹸について、以下の方法で見掛け密度、及び気泡体積分率を測定すると共に、その重量を測定した。また以下の基準で気泡の分散性及び外観の良否を評価した。これらの結果を表2に示す。

【0055】(見掛け密度の測定) 得られた気泡入り石

* 餾から三辺の長さが既知(例えば10～50mm長とする)の直方体状の測定片を切り出し、その重量を測定し、重量値を体積値で除して求めた。体積値は直方体の三辺の値から計算したものをを用いた。重量測定は電子天秤により行った。なお、本測定は、25℃±3℃、相対湿度40～70%環境下で行った。

【0056】〔気泡体積分率の測定〕-196℃で急冷した気泡入り石鹸を-150℃で切断し、-150℃真空中にて切断面を電子顕微鏡観察した。電子顕微鏡としてJEOL HIGHTECH CO. LTD. 社製、クライオSEM JSM-5410/CRUを用いた。加速電圧は2kV、検出信号として二次電子像を用いた。得られた500倍の顕微鏡写真から気泡の径を測定し、測定された径から気泡体積分率を算出した。

【0057】〔気泡の分散性の評価〕得られた石鹸を十分に切断し、切断面を以下の基準で目視評価した。

○・・・切断面の各部に濃淡差が観察されない。

△・・・切断面の各部に濃淡の違いにより筋が観察される。

×・・・切断面の各部に濃淡の違いにより筋又は面が複数観察される。

【0058】〔外観の良否の評価〕目視により外観の良否を以下の基準で評価した。

◎・・・キャビティ形状と同等の外観形状が得られた。

○・・・キャビティ形状とほぼ同等の外観形状が得られた。

×・・・キャビティ形状と比較して、ひけが見られた。

【0059】

【表2】

		実施例						比較例
		1	2	3	4	5	6	1
熔融石鹸	循環温度(℃)	64	65	55	70	70	64	64
	循環流量V(m ³ /h)	3.3	2	1	0.5	0.5	3.3	—
	循環流速Vd(m/s)	0.15	0.05	0.03	0.02	0.02	0.12	—
	S/V(h)	0.06	0.1	0.2	0.4	4	0.06	—
	剪断速度D(s ⁻¹)	1.8	0.6	0.5	0.3	0.3	1.8	—
	注入体積(%) (気泡入り石鹸の目標 設定体積に対して)	135	125	112	135	135	120	135
気泡入り 石鹸	圧縮比	1.49	1.64	1.45	1.86	1.86	1.70	2.47
	見掛け密度 (g/cm ³)	0.75	0.62	0.75	0.6	0.6	0.75	0.8
	気泡体積分率 (%)	100	100	100	100	100	100	50
	気泡の分散性	○	○	○	○	○	○	×
	外観の良否	◎	◎	○	○	○	○	○
	重量(g)	90	90	90	90	90	90	90

【0060】表2に示す結果から明らかなように、各実施例で得られた気泡入り石鹸では、気泡が均一に分散していた。また、冷却に起因する収縮やひけが観察されず、良好な外観を呈していた。更に、各実施例で得られた気泡入り石鹸では、その重量は、設定重量とほぼ同じ

であった。表には示していないが、各実施例で得られた気泡入り石鹸では、熔融石鹸の加熱に起因する異臭等は観察されなかった。これに対して、比較例1で得られた気泡入り石鹸では、気泡の分散が不均一であった。

【0061】

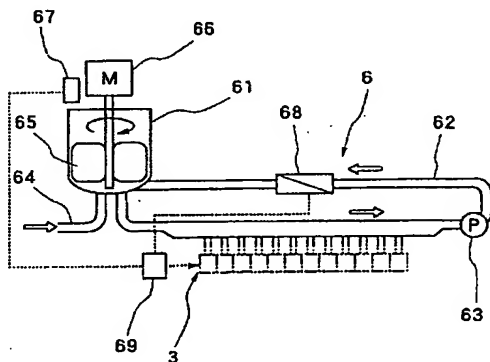
【発明の効果】本発明の気泡入り石鹸の製造方法によれば、無数の気泡を分散含有する熔融石鹸における気泡と液体分との分離が防止される。また本発明の気泡入り石鹸の製造方法によれば、気泡が均一に分散し、泡立ちの良好な気泡入り石鹸が得られる。特に、熔融石鹸の注入量を、気泡入り石鹸の目標設定体積よりも大きくすることで、該熔融石鹸を固化させるに際して、冷却に起因する収縮やひけの発生が効果的に防止される。更に、熔融石鹸の発泡に不活性ガスを用いると、熔融石鹸の加熱に起因する異臭等の発生が効果的に防止される。また、成形装置に供給される熔融石鹸の比重の変動に応じて、該熔融石鹸の該成形装置への供給体積を増減させることで、重量にばらつきを生じさせることなく気泡入り石鹸を製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の製造方法の第1の実施形態に用いられる装置における熔融石鹸の循環部を示す模式図である。

【図2】本発明の製造方法の一実施形態に用いられる装置における熔融石鹸の供給部を示す模式図である。

【図1】



【図3】本発明の製造方法の一実施形態に用いられる装置における熔融石鹸の成形部を示す模式図である。

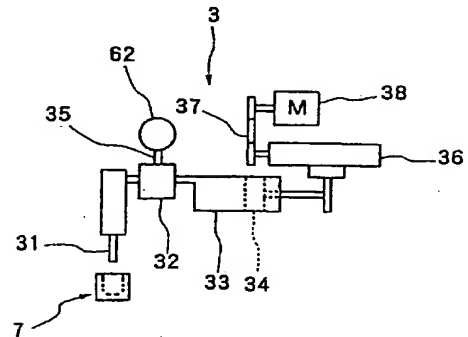
【図4】本発明の製造方法の第2の実施形態に用いられる装置における熔融石鹸の循環部を示す模式図である（図1相当図）。

【図5】本発明の製造方法の第2の実施形態に用いられる装置における熔融石鹸の循環部を示す模式図である（図1相当図）。

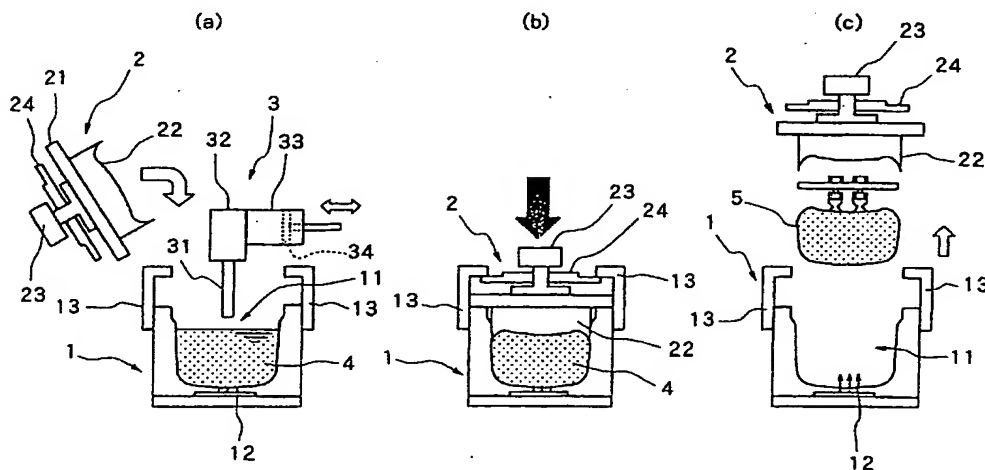
【符号の説明】

- 10 1 下型
2 上型
3 供給部
31 供給ノズル
4 熔融石鹸
5 気泡入り石鹸
6 循環部
61 貯蔵タンク
62 循環管路

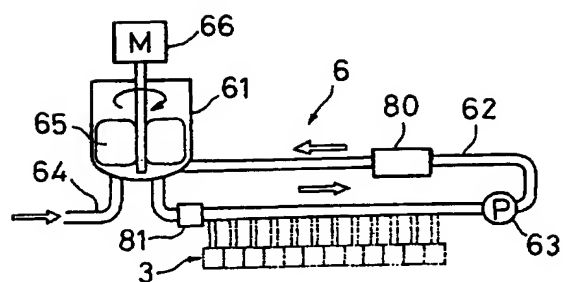
【図2】



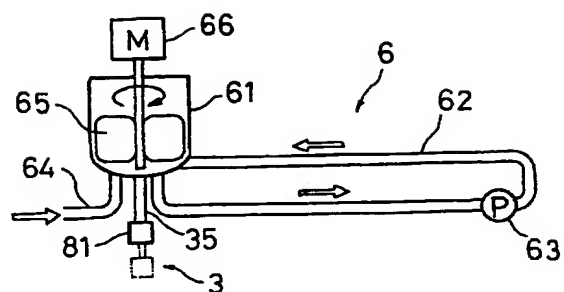
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 阿部 忠夫
東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会
社研究所内

(72)発明者 秦野 耕一
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内
Fターム(参考) 4H003 BA06 CA09 DA02